

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-059976

(43)Date of publication of application : 05.03.1996

(51)Int.Cl.

C08L 69/00

C08K 3/22

C08K 9/02

C08K 9/04

(21)Application number : 06-218121

(71)Applicant : ISHIHARA SANGYO KAISHA LTD

(22)Date of filing : 19.08.1994

(72)Inventor : OKUDA HARUO
FUTAMATA HIDEO
ISOBE KAORU
HAMAZAKI TATSUYA

(54) POLYCARBONATE RESIN COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the subject composition excellent in mechanical strength, also excellent in heat resistance and dispersibility, useful as a molding material for mechanical parts, etc., by incorporating a polycarbonate resin with needle titanium dioxide treated with a polyorganosiloxane.

CONSTITUTION: This resin composition is obtained by incorporating (A) a polycarbonate resin with (C) 5-30wt.%, based on the composition, of needle titanium dioxide treated with (B) a polyorganosiloxane. It is preferable that the surface of the component C is coated with one kind of (hydrated) oxide selected from those of Al, Si, Zr and Sb, the amount of the (hydrated) oxide, 0.5-10wt.% based on the titanium dioxide, and the component B is a polyorganohydrogensiloxane, cyclic organohydrogensiloxane or a polyhydrocarbonoxysiloxane (e.g. methulhydrogenpolyxasilivcone).

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-59976

(43) 公開日 平成8年(1996)3月5日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 69/00	KKP			
C 0 8 K 3/22	KKH			
9/02				
9/04				

審査請求 未請求 請求項の数4 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平6-218121

(22) 出願日 平成6年(1994)8月19日

(71) 出願人 000000354

石原産業株式会社

大阪府大阪市西区江戸堀一丁目3番15号

(72) 発明者 奥田 晴夫

三重県四日市市石原町1番地 石原産業株式会社四日市事業所内

(72) 発明者 二又 秀雄

三重県四日市市石原町1番地 石原産業株式会社四日市事業所内

(72) 発明者 磯部 薫

三重県四日市市石原町1番地 石原産業株式会社四日市事業所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリカーボネート樹脂組成物

(57) 【要約】

【目的】 機械的強度に優れ、且つ耐熱性や分散性にも優れたポリカーボネート樹脂組成物を提供する。

【構成】 ポリカーボネート樹脂にポリオルガノシロキサンで処理した針状酸化チタンを配合してなるポリカーボネート樹脂組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】ポリカーボネート樹脂にポリオルガノシロキサンで処理した針状酸化チタンを、組成物全体に対して5～30重量%になるように配合してなるポリカーボネート樹脂組成物。

【請求項2】針状酸化チタンの表面がアルミニウム、ケイ素、スズ、ジルコニウム、アンチモンの酸化物又は水和酸化物の少なくとも一種で被覆され、その量が酸化チタン基準で0.5～10重量%である請求項1のポリカーボネート樹脂組成物。

【請求項3】ポリオルガノシロキサンが、ポリオルガノ水素シロキサン、環状オルガノ水素シロキサン又はポリ炭化水素オキシシロキサンである請求項1のポリカーボネート樹脂組成物。

【請求項4】ポリオルガノシロキサンで処理した針状酸化チタンにおけるポリオルガノシロキサンの処理量が、処理針状酸化チタンに対して0.5～10重量%である請求項1のポリカーボネート樹脂組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、ポリオルガノシロキサンで処理した針状酸化チタンを用いることにより、特に、機械的強度や熱安定性の向上したポリカーボネート樹脂組成物に関する。

【0002】

【従来の技術及びその課題】従来より、熱可塑性樹脂に無機充填剤を配合して機械的強度、熱安定性などを改善することは知られている。ところで、熱に安定で電気的特性に優れ、また衝撃強度が高く、成形収縮率も低いなど多くの長を有するポリカーボネート樹脂は、近年、機械的部品、電気的部品、家庭用品、写真フィルムほか多くの分野で幅広い利用、普及が図られつつある。しかしながら、ポリカーボネート樹脂に酸化チタン系充填剤を配合すると、分子鎖中の結合が切断されて分子量が低下し、当該樹脂の所望の性能が著しく損なわれ易く、更には黄色に変色し易いなどの欠陥があり、かねてよりその解決が望まれている。本発明者等は、かねてより当該ポリカーボネート樹脂成形物の機械的強度の一層の増大をはかるべく、酸化チタン系充填剤のなかでも針状形状の酸化チタンを充填成形すべく、その適用性について種々検討を進めてきているが、とりわけ針状酸化チタンにあっては、前記分子量低下が大きく、当該樹脂の物性が著しく低下をきたし易いこと、また前記のような問題を解決する手段として、例えば無機充填剤を予めシランカップリング剤で処理する方法が知られているが、この方法を針状酸化チタンの場合に適用しても若干の改良はもたらされるものの、未だ十分満足されるに至っておらず、改善を要する問題点が少なくないことが分かった。

【0003】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、針状酸化

チタンをポリカーボネート樹脂に充填成形する場合の前記問題点を解決する方法について鋭意検討した結果、ポリカーボネート樹脂自体の優れた特性を損なうことなく、十分なる色材的效果を付与し得ると共に、充填成形物の機械的強度を一層増大し得ることの知見を得、本発明に至った。すなわち、本発明はポリカーボネート樹脂にポリオルガノシロキサンで処理した針状酸化チタンを、組成物全体に対して5～30重量%になるように配合してなるポリカーボネート樹脂組成物である。

【0004】ポリカーボネート樹脂は、従来のポリカーボネート樹脂の製法と同様の方法、すなわち、芳香族二価フェノール系化合物とホスゲン又は炭酸ジエステルとを反応させてなるものである。本発明で使用する芳香族ホモ又はコポリカーボネート樹脂としては、塩化メチレンの溶剤で測定した粘度平均分子量が19000～30000の範囲のものが好ましい。

【0005】本発明で用いる針状酸化チタンは、特開平1-286924号、特開平2-239119号等の明細書に記載されている方法で製造され、その形状は、長軸が0.5～10 μ m、短軸が0.05～0.5 μ mであり、且つその表面がポリオルガノシロキサンで処理されているものである。また、本発明で用いる針状酸化チタンは、前記のポリオルガノシロキサンによる処理に先立って、その表面がアルミニウム、ケイ素、スズ、ジルコニウム、アンチモンの酸化物又は水和酸化物の少なくとも一種で被覆されているものが望ましく、その量は酸化チタン基準で0.5～10重量%である。本発明ではこのような針状酸化チタンを用いるので、ポリカーボネート樹脂の分子量の低下を抑制することができる。

【0006】本発明において、針状酸化チタンへのポリオルガノシロキサン処理は、湿式、乾式のいずれの方法で行っても良い。湿式の場合、未処理の針状酸化チタンをポリオルガノシロキサンの低沸点溶剤の溶液に浸漬した後、またはシリコンエマルジョン水溶液に浸漬した後、脱溶媒を施す。また、乾式の場合、ヘンシェルミキサー、スーパーミキサー、V型ブレンダーなどの混合機中で、好適には100～200℃の温度の加熱条件下で、針状酸化チタンとポリオルガノシロキサンとの混合を行うか、針状酸化チタンの加熱粉碎時にポリオルガノシロキサンを添加して処理するか、ポリオルガノシロキサン有機溶液を針状酸化チタンに噴霧して付着を行う。更には、付着後100～250℃の温度で熱処理を施す。

【0007】なお、ポリオルガノシロキサンの有機溶剤の溶液にジブチル錫ジラウレート、テトラアルコキシチタンなどで例示されるポリオルガノシロキサンの硬化を促進させる化合物を含有させることも可能である。ポリオルガノシロキサンとしては、酸化チタンの表面活性点と反応性を有し、且つSi原子を4個以上含有するものが望ましく、その具体例としては、例えばポリオルガノ

水素シロキサン、環状オルガノ水素シロキサン又はポリ炭化水素オキシシロキサンであり、メチルヒドロジェンポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシクロシロキサン、メチルメトキシポリシロキサンなどが例示される。

【0008】全組成物中の針状酸化チタンの配合量は、通常5～30重量%の範囲である。針状酸化チタンの配合量が5重量%未満では、補強剤、着色剤、光遮蔽剤、充填剤としての添加効果が不十分であり、30重量%を超えて使用した場合には流動性が低下して成形性が悪くなる。

【0009】本発明は、ポリカーボネート樹脂にポリオルガノシロキサン処理した針状酸化チタンを配合してなるものであるが、他の熱可塑性樹脂、各種エラストマー、添加剤などを必要に応じて配合できる。他の熱可塑性樹脂としては、ポリスチレン、高密度ポリスチレン、AS樹脂、ABS樹脂などのスチレン系樹脂、メタクリル樹脂などのアクリル系樹脂、ポリエチレン、ポリプロピレンなどのポリオレフィン樹脂、ポリフェニレンスルフィド、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリウレタン、その他のエンジニアリングプラスチック類などで例示される熱可塑性樹脂が挙げられ、これらは、適宜、一種或いは二種以上、併用される。

【0010】本発明の組成物は、以上の成分を用いて調製されるが、調製方法は通常の方法でよく、特に限定されないが、例えばポリオルガノシロキサン処理した針状酸化チタン、ポリカーボネート樹脂及び適宜その他の添加成分をV型ブレンダーなどの混合手段を用いて十分に混合した後、乾燥し、ペント式押出機でペレット化する方法や、ポリカーボネート樹脂及びその他の添加成分をスーパーミキサーなどの強力混合手段を用いて予め混合したものを用意しておき、ペント式押出機の途中からポリオルガノシロキサン処理した針状酸化チタンを混合し、ペレット化する方法などの一般に工業的に用いられる方法が適宜適用される。

【0011】

【実施例】

実施例1

針状酸化チタン（石原産業株式会社製、FTL-200）をメチルヒドロジェンポリシロキサン（信越化学株式会社製、信越シリコンオイルKF-99）の濃度を2%に調製した塩化メチレン溶液に浸漬した後、溶剤

を除去乾燥し、ポリシロキサン処理した針状酸化チタン（試料1）を得た。ビスフェノールAを用いてなるポリカーボネート樹脂粉末（三菱瓦斯化学株式会社製、ユーピロンS-2000、粘度平均分子量24000、以下PC樹脂と記す）と上記のポリシロキサン処理した針状酸化チタン（試料1）を表1に示した比率で混合した後、二軸押出機（シリンダー温度310℃）で熔融混練してペレット化した。得られたペレットを340℃、1時間の条件で窒素気流中で加熱処理し、この処理前後の粘度平均分子量を測定し、その結果を表1に示した。また、得られたペレットを120℃の熱風循環式乾燥機で5時間乾燥後、射出成形して試験片を得た。得られた成形品について、曲げ強度を測定して、その結果を表1に示した。更に、得られた板状成形品で試料1の樹脂の表面状態を目視観察し、その結果を表1に示した。

【0012】実施例2

実施例1と同じ針状酸化チタン（FTL-200）をヘンシェルミキサー中で150℃で加熱、攪拌しながら実施例1と同じメチルヒドロジェンポリシロキサン（KF-99）を噴霧して、ポリシロキサン処理した針状酸化チタン（試料2）を得た。この後は実施例1と同様に処理し、試験を行った。

【0013】実施例3

実施例2において、針状酸化チタンとしてその表面にケイ素とアルミニウムの水和酸化物を処理したFTL-200を用いる以外は同様にポリシロキサン処理して針状酸化チタン（試料3）を得て、試験を行った。なお、ケイ素とアルミニウムの水和酸化物の表面処理は、FTL-200の水性スラリーを約60℃に加熱しながらケイ酸ナトリウム水溶液を SiO_2 として4%（ TiO_2 重量基準）添加し、10分間攪拌し、更にアルミン酸ナトリウム水溶液を Al_2O_3 として2%（ TiO_2 重量基準）添加し、その後、硫酸を添加してスラリーのpHを6.5～8.0に調節し、1時間熟成した後、濾過、洗浄し、乾燥して行った。

【0014】比較例1

実施例1～3と比較のため、未処理の針状酸化チタンFTL-200（試料4）を使用する以外は、実施例1と同様に行った。

【0015】

【表1】

		実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1
組成成分 (重量部)	P C 樹脂	8 5	8 5	8 5	8 5
	試料 1 試料 2 試料 3 試料 4	1 5	1 5	1 5	1 5
分子量 $\times 10^4$	ペレット	2. 3	2. 3	2. 4	1. 3
	同加熱処理後	2. 2	2. 2	2. 3	— — —
曲げ強度 (k g / c m ²)		1 1 5 0	1 1 5 0	1 2 5 0	9 5 0
成形品	色	白色	白色	白色	黄色
	表面状態 (目視)	良	良	良	不良

【 0 0 1 6 】

【発明の効果】本発明の組成物は、特に機械的強度に優れ、且つ耐熱性や分散性にも優れたものである。本発明

の組成物は、機械部品、電気電子部品、家庭用品などの他、種々の分野の成形材料として極めて好適なものである。

フロントページの続き

(72)発明者 濱崎 達也

三重県四日市市石原町 1 番地 石原産業株式会社四日市事業所内